

## PREPARASI DAN KARAKTERISASI NANO KOMPOSIT KITOSAN-SILIKA DAN KITOSAN-SILIKA TITANIA

*(Preparation and Characterisation of Chitosan-Silica  
and Chitosan Silica Titania Nano Composites)*

**Dina Kartika Maharani, Sari Edi Cahyaningrum, Amaria, Rusmini**

Jurusan Kimia, FMIPA, Universitas Negeri Surabaya

*e-mail: dkmaharani@gmail.com*

Diterima: 5 Januari 2012

Disetujui: 1 Maret 2012

### Abstrak

Telah dibuat komposit kitosan silika dan kitosan silika titania dari larutan kitosan dan sol silika serta sol silika titania untuk aplikasi bahan antibakteri. Kitosan dibuat melalui proses deproteinasi, demineralisasi dan deasetilasi kitin dari cangkang kepiting. Sol silika dan silika titania dibuat dengan metode sol-gel. Komposit kitosan silika dan kitosan silika titania dikarakterisasi dengan analisis spektrofotometri infra merah dan difraksi sinar-X. Hasil analisis spektrofotometri infra merah menunjukkan bahwa telah terjadi interaksi antara silika dan titania dengan kitosan. Kristalinitas komposit kitosan silika titania lebih rendah dibandingkan dengan kitosan silika maupun kitosan sendiri. Hal ini menandakan bahwa interaksi antara partikel silika dan titania meningkatkan ketidakteraturan struktur kitosan.

Kata kunci: kitosan, komposit, silika, titania.

### Abstract

*Chitosan-silica and chitosan-silica titania composites have been prepared by mixing chitosan solutions with silica sol and silica titania sol for antibacterial application. Chitosan were prepared by deproteination, demineralisation and deacetylation of chitin from Crab shells. The silica sol and silica titania sol were prepared by sol-gel method. The composites were characterized using Infra Red spectrophotometry and X-ray Diffraction methods. The Infra Red study of the composites showed that there is interaction between silica and titania with chitosan. The crystallinity of chitosan silica titania and chitosan-silica was decreased, compared with chitosan, that is showed the increasing of structure disorder of composites material.*

*Keywords: chitosan, composites, silica, titania.*

### PENDAHULUAN

Nano komposit khususnya nano komposit organik/anorganik banyak dikembangkan karena memiliki performa yang lebih baik dibandingkan komposit organik atau komposit anorganik. Contoh penggunaan nanokomposit organik/anorganik di antaranya dapat digunakan pada industri plastik, karet, perekat, fiber dan proses pelapisan untuk meningkatkan sifat mekanik, termal dan optik dari material (He dkk, 2002). Nanopartikel silika banyak dipelajari dalam sistem polimer nanokomposit

organik/anorganik. Oksida silika memiliki sifat nontoksik dan biokompatibel sehingga banyak dimanfaatkan dalam berbagai aplikasi. Matrik silika secara kimia stabil, bersifat hidrofilik, mudah disintesis dan memiliki kekuatan mekanik (Antovska dkk, 2006).

Nanokomposit epoksi silika/silika memiliki keuntungan dari segi kemampuan adhesi yang lebih baik pada banyak substrat, ketahanan korosi yang tinggi, ketahanan terhadap keretakan dan sebagainya serta menunjukkan performa yang baik untuk pelapisan, perekatan, dan lain-lain. Dispersi



nanopartikel dalam matrik polimer memiliki pengaruh yang signifikan terhadap sifat nano-komposit. Metode sol-gel diketahui dapat meningkatkan dispersi nanopartikel pada matrik organik (Yuan dkk, 2005).

Salah satu material nanokomposit berbasis polimer alam yang tengah dikembangkan adalah kitosan. Kitosan dapat dikompositkan dengan silika dan material anorganik lainnya seperti titania untuk meningkatkan sifat fisik maupun kimia dari kitosan. Komposit kitosan silika atau kitosan silika titania dapat diaplikasikan sebagai bahan antibakteri untuk berbagai keperluan industri seperti industri tekstil, medis, makanan dan sebagainya.

Dalam penelitian ini akan dibuat komposit kitosan-silika dan komposit kitosan silika titania dari cangkang kepiting sebagai bahan dasar pembuatan kitosan dan sol silika titania. Karakterisasi komposit dilakukan dengan analisis spektrofotometri infra merah dan difraksi sinar-X.

#### METODE PENELITIAN

##### Alat dan bahan

Bahan-bahan kimia yang digunakan dalam penelitian ini berkualitas analitik (*analytical grade*) produksi E. Merck AG (Darmstadt, Jerman) meliputi: Asam asetat, Asam klorida (HCl), NaOH, Etanol, TEOS (Tetra Ethyl Ortho Silicate), dan Titanium Isopropoksida (Ti(*i*Pr)). Kitosan dibuat dari limbah cangkang kepiting jenis *Scylla sp.* Peralatan yang digunakan dalam penelitian ini meliputi: peralatan gelas seperti labu takar, tabung reaksi, gelas pengaduk, pipet volume, corong gelas, dan alat refluks.

#### PROSEDUR

##### Pembuatan Kitosan

Kitosan dibuat dengan proses hidrolisis kitin dari limbah cangkang kepiting menggunakan larutan NaOH 50%. Larutan kitosan dibuat dengan melarutkan 0,1 gram kitosan ke dalam 100 ml larutan asam asetat 2%.

##### Pembuatan Nano Komposit Kitosan

Sol silika dan sol silika titania dibuat dengan metode sol-gel menggunakan prekursor TEOS dan Ti(*i*Pr) yang dihidrolisis dalam larutan etanol dengan katalis HCl. Sol

selanjutnya diaduk selama 24 jam dalam temperatur ruang. Komposit kitosan silika dibuat dengan mencampurkan larutan kitosan 0,1% dengan sol silika dengan perbandingan volum 3 : 7, sedangkan komposit kitosan silika titania dibuat dengan mencampurkan larutan kitosan 1% dengan sol silika titania dengan perbandingan volum 3 : 7.

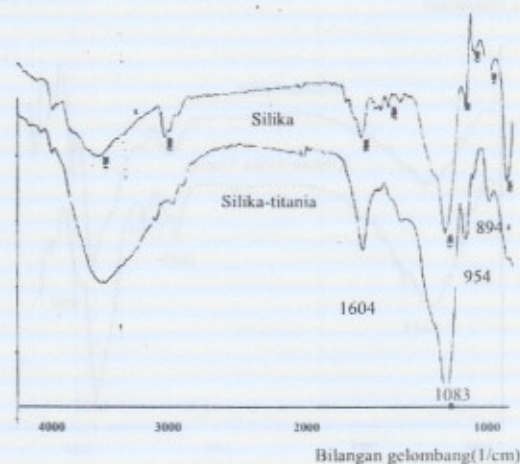
#### HASIL DAN PEMBAHASAN

##### Interaksi Silika dengan Titania

Nanosol silika titania dalam penelitian ini dihasilkan dengan metode sol-gel melalui reaksi hidrolisis dan kondensasi prekursor silika dan titania. Pada reaksi hidrolisis, gugus hidroksil akan berikatan dengan atom silika dan titania. Apabila alkoksida silika dan titania telah seluruhnya terhidrolisis maka seluruh gugus alkoksida akan tergantikan oleh gugus OH. Reaksi kondensasi terjadi karena adanya interaksi antar molekul-molekul yang terhidrolisis. Sol silika dan silika-titania yang dihasilkan dari reaksi sol-gel pada penelitian ini berupa sol transparan pada matriks. Sol selanjutnya dikeringkan untuk menghasilkan xerogel silika dan silika titania.

Hasil spektra infra merah xerogel silika dan silika titania ditunjukkan dalam Gambar 1. Hasil analisis spektrofotometri infra merah xerogel silika dan silika titania seperti disajikan dalam Gambar 1 menunjukkan terjadi perubahan pita serapan pada panjang gelombang 1600  $\text{cm}^{-1}$  sampai 700  $\text{cm}^{-1}$ .

% Transmisi



Gambar 1. Spektra Infra Merah Xerogel Silika dan Silika Titania



Penghilangan puncak serapan pada daerah bilangan gelombang  $894\text{ cm}^{-1}$  yang merupakan daerah serapan vibrasi gugus  $\text{Si-CH}_3$  pada spektra IR gel silika-titania menunjukkan bahwa pada nanosol silika titania telah terjadi *crosslink* antara atom Si dengan Ti melalui reaksi polimerisasi dan kondensasi yang terjadi pada reaksi sol-gel, sehingga intensitas pita serapan  $\text{Si-CH}_3$  menjadi berkurang. Puncak serapan pada daerah bilangan gelombang  $1083\text{ cm}^{-1}$  yang menunjukkan serapan  $\text{Si-O-Si}$  pada spektra silika-titania juga mengalami penurunan intensitas dibandingkan dengan serapan pada spektra silika. Hal ini menandakan bahwa telah terjadi inkorporasi atom Ti pada matriks silika. Puncak-puncak karakteristik pada pita serapan Si mengalami penurunan intensitas pada spektra IR gel silika-titania.

#### Interaksi Kitosan dengan Silika dan Titania

Spektra infra merah nano komposit kitosan silika titania yang ditampilkan pada Gambar 2 menunjukkan adanya serapan gugus fungsi  $\text{Si-O-Ti}$  yang muncul pada bilangan gelombang  $954\text{ cm}^{-1}$  yang menandakan terbentuknya polimer silika titania hasil reaksi solgel yang berinteraksi dengan kitosan pada komposit. Intensitas serapan gugus fungsi  $\text{Si-O-Ti}$  pada nano komposit mengalami penurunan sejalan dengan menurunnya perbandingan jumlah nanosol silika titania dalam komposit.

% Transmittan



Gambar 2. Spektra Infra Merah Komposit Kitosan Silika dan Kitosan Silika Titania

Hasil analisis spektra infra merah pada nano komposit kitosan-silika titania, juga tampak bahwa terjadi pergeseran bilangan gelombang yang menunjukkan serapan gugus fungsi  $\text{Si-O-Si}$  dan  $\text{Si-O-C}$  apabila dibandingkan dengan spektra infra merah nano komposit kitosan-silika yaitu dari  $1080\text{ cm}^{-1}$  pada nano komposit kitosan-silika menjadi  $1078\text{ cm}^{-1}$  pada nano komposit kitosan silika titania. Hal ini mengindikasikan bahwa terjadi reaksi kondensasi antara polimer  $\text{SiO}_2$  dengan  $\text{TiO}_2$ . Serapan gugus fungsi kitosan tetap terlihat pada nano komposit kitosan silika titania yaitu pada bilangan gelombang  $1631\text{ cm}^{-1}$  yang juga menandakan bahwa inkorporasi silika titania pada matriks polimer kitosan tidak mengubah struktur kitosan. Penurunan intensitas pada bilangan gelombang  $1631$  dan  $1560\text{ cm}^{-1}$  menandakan adanya ikatan hidrogen antara gugus OH pada silika titania dengan gugus NH pada kitosan.

#### Kristalinitas Komposit Kitosan Silika dan Kitosan Silika Titania

Hasil analisis difraksi sinar X pada nano komposit kitosan silika yang dibandingkan dengan nano komposit kitosan silika titania pada perbandingan volum kitosan : nanosol 3 : 7 seperti terlihat pada Gambar 3 menunjukkan bahwa terjadi penurunan kristalinitas kitosan pada nano komposit kitosan-silika maupun nano komposit kitosan-silika titania menjadi bersifat lebih amorf. Hal ini menandakan adanya interaksi antara kitosan dengan silika maupun silika titania. Interaksi tersebut berakibat pada meningkatnya ketidakteraturan struktur kristalin kitosan sehingga menjadi bersifat amorf. Tidak adanya puncak baru yang muncul pada difraktogram komposit kitosan-silika maupun komposit kitosansilika titania menunjukkan tidak adanya ikatan kimia yang terjadi antara kitosan dengan silika maupun dengan silika-titania. Ketidakteraturan pada struktur kitosan ini kemungkinan diperkirakan bahwa partikel silika maupun silika-titania selain membentuk interaksi yang menghasilkan lapis kitosan dan silika atau lapis kitosan dan silika-titania, juga diperkirakan membentuk interaksi di mana partikel silika maupun silika-titania dapat berada dalam pori kitosan. Puncak-puncak karak-



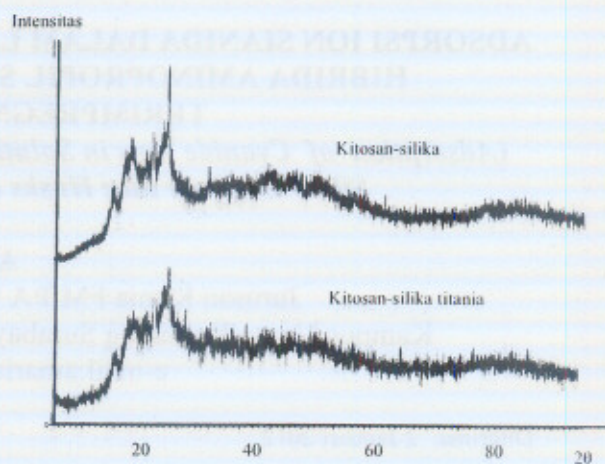
teristik untuk  $\text{TiO}_2$  dengan bentuk kristal rutil muncul pada sudut  $2\theta$   $27,4^\circ$ ;  $39,18^\circ$ ;  $41,2^\circ$ ; dan  $54,32^\circ$  yang merefleksikan bidang kristal (110); (200); (111); dan (211). Puncak-puncak kristalin silika tidak muncul karena silika bersifat amorf (Sun dkk, 2007). Puncak karakteristik kitosan pada  $2\theta$   $22^\circ$  baik pada nano komposit kitosan silika maupun pada kitosan silika titania mengalami penurunan. Hal ini menandakan bahwa penambahan partikel silika atau silika titania pada kitosan akan meningkatkan rapat struktur lapis kitosan. Fenomena tersebut diperkuat dengan data jarak antar bidang kristal (*d-spacing*) di  $2\theta$   $22^\circ$  pada nano komposit kitosan silika maupun nano komposit kitosan silika titania yang lebih kecil dibandingkan pada kitosan.

### KESIMPULAN

1. Komposit kitosan silika dan komposit kitosan silika titania telah dapat dibuat dari sol silika titania dan larutan kitosan.
2. Spektra infra merah xerogel silika titania menunjukkan adanya interaksi antara silika dan titania yang muncul pada serapan di  $954 \text{ cm}^{-1}$ .
3. Terjadi interaksi antara partikel silika maupun partikel silika titania dengan kitosan berdasarkan analisis spektra infra merah.
4. Kristalinitas komposit kitosan silika titania maupun kitosan silika mengalami penurunan dibandingkan kitosan akibat meningkatnya rapat struktur kitosan dengan adanya interaksi dengan silika dan titania.

### UCAPAN TERIMA KASIH

Terima kasih disampaikan oleh Penulis kepada Universitas Negeri Surabaya yang membiayai penelitian ini melalui dana DIPA program Hibah Kompetitif Sesuai Prioritas Nasional Tahun 2010.



Gambar 3. Difraktogram Sinar X Komposit Kitosan Silika dan Silika Titania

### DAFTAR PUSTAKA

- Antovska, P., Cvetkovska, M., Goračinova, K., 2006, *Preparation and characterization of sol-gel processed spray dried silica xerogel microparticles as carrier of heparin sodium*, Bulletin of the Chemists and Technologists of Macedonia, Vol. 25 (2) : 121-126
- He, Q., Wu, L., Gu, G., You, B., 2002, *Preparation and characterization of acrylic/nano-TiO<sub>2</sub> composite latex*, High Performance Polymers, 14 : 383.
- Sun, B., Sun, S., Zhang, W., 2007, *Preparation and antibacterial activities of Ag-doped SiO<sub>2</sub>-TiO<sub>2</sub> composite films by liquid phase deposition (LPD) method*, J. of Mater. Sci., Vol 42 : 10085-10089.
- Yuan, J., Zou S., Gu, G., Wu, L., 2005, *Effect of the particle size of nanosilica on the performance of epoxy silica composite coating*, J. of Mater Sci., Vol. 40 : 3927-3932.